

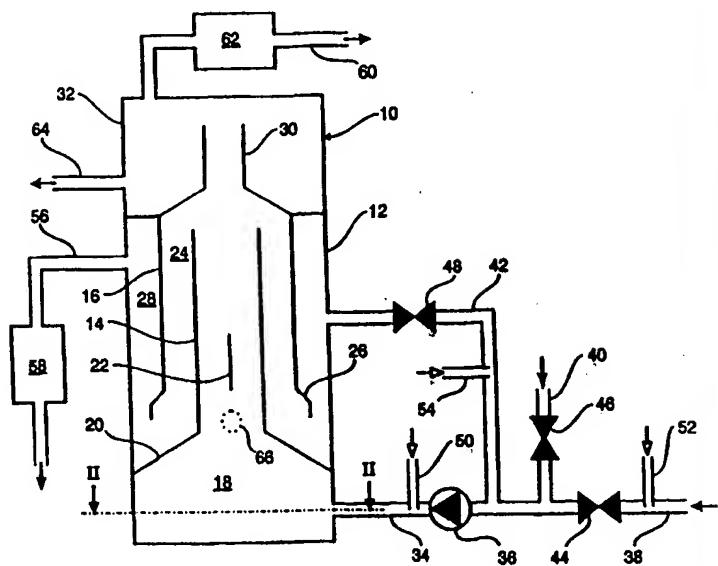
(51) Internationale Patentklassifikation <sup>6</sup> : <b>C02F 1/24, 1/78, 1/465</b>	A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: <b>WO 98/51618</b>  (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: <b>19. November 1998 (19.11.98)</b>	
		(21) Internationales Aktenzeichen: <b>PCT/DE98/00732</b>  (22) Internationales Anmeldedatum: <b>12. März 1998 (12.03.98)</b>	(81) Bestimmungsstaaten: AU, IL, JP, NO, NZ, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).
(30) Prioritätsdaten: <b>197 19 798.1 10. Mai 1997 (10.05.97) DE</b>		Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i>	
(71) Anmelder ( <i>für alle Bestimmungsstaaten ausser US</i> ): <b>FORSCHUNGSZENTRUM JÜLICH GMBH [DE/DE]; Leo-Brandt-Strasse, D-52428 Jülich (DE).</b>			
(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder ( <i>nur für US</i> ): <b>OVERATH, Horst [DE/DE]; Bastionstrasse 9, D-52428 Jülich (DE).</b>			
(74) Anwälte: <b>HUBLE, Kai usw.; Bungartz, Hublé, Hübsch &amp; Partner, Eupener Strasse 161a, D-50933 Köln (DE).</b>			

(54) Title: **METHOD FOR REMOVING BIOMASS FROM A LIQUID BY MEANS OF A REACTOR**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUM ENTFERNEN VON BIOMASSE AUS EINER FLÜSSIGKEIT MIT HILFE EINES REAKTORS**

#### (57) Abstract

A known method for removing biomass from a liquid eliminates only cells bonded on solid substances and proteins, but not suspended cells. The present invention relates to a method enabling a larger amount of biomass to be removed with a lower consumption of chemical products, energy and water, whereby liquid first runnings, the biomass contents which is lower than that of the operating liquid, are fed into the reactor; a Redox potential not falling below a set first-runnings value is placed in the operating liquid at least in a locally delimited area; the operating liquid is fed into the reactor after the Redox potential has been placed into the first-running liquid, while a Redox potential not falling below a set first operation value has been placed in said liquid at least in a delimited area, which operation value is to be sufficiently high to damage the cells contained in the operating liquid to such an extent that they cannot float anymore; and the operating liquid is cleaned by flotation.



#### (57) Zusammenfassung

Ein bekanntes Verfahren zum Entfernen von Biomasse aus einer Flüssigkeit entfernt nur die an Feststoffen und Proteinen angelagerten Zellen, nicht aber die frei suspendierten Zellen. Es ist Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zu schaffen, das mehr Biomasse entfernt und wenig Chemikalien, Energie und Wasser verbraucht. Erfindungsgemäß ist vorgesehen, daß: eine Vorlaufflüssigkeit in den Reaktor geleitet wird, die einen geringeren Gehalt an Biomasse aufweist als die aufzubereitende Arbeitsflüssigkeit; in der Vorlaufflüssigkeit zumindest in einem örtlich begrenzten Bereich ein Redoxpotential eingestellt wird, das einen bestimmten Vorlaufwert nicht unterschreitet; die Arbeitsflüssigkeit nach dem Einstellen des Redoxpotentials zu der Vorlaufflüssigkeit in den Reaktor (10) geleitet wird, wobei in der Flüssigkeit zumindest in einem örtlich begrenzten Bereich ein Redoxpotential eingestellt wird, das einen bestimmten Betriebswert nicht unterschreitet, der so hoch ist, daß in der Arbeitsflüssigkeit enthaltene Zellen derart geschädigt werden, daß sie flotierbar sind; und die Arbeitsflüssigkeit durch Flotation gereinigt wird.

**LEDIGLICH ZUR INFORMATION**

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AI	Albanien	ES	Spanien	IS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

## VERFAHREN ZUM ENTFERNEN VON BIOMASSE AUS EINER FLÜSSIGKEIT MIT HILFE EINES REAKTORS

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Entfernen von Biomasse aus einer Flüssigkeit mit Hilfe eines Reaktors.

- 5      Flüssigkeiten, die mit Biomasse, also mit den Zellen von Bakterien, Algen, Hefen und anderen Mikroben, mit Proteinen und dergleichen belastet sind, entstehen beispielsweise bei der Nitrat- und Nitrit-Reduktion von Wasser mit Hilfe von bakterieller Denitrifikation, das bei der Tierhaltung im Süß- und Meerwasserbereich oder bei der Abwasseraufbereitung in Kläranlagen anfällt. Auch das  
10     Kompostabwasser, das beim biologischen Abbau von Abfällen entsteht, ist meist mit Biomasse belastet, genau wie das Getränkeabwasser von Brauereien. Die Biomasse stellt in der Regel eine Qualitätsminderung und ein wasserbelastendes, oft auch gesundheitsgefährdendes Potential dar und muß daher aus der Flüssigkeit entfernt werden.
- 15     Eine bekannte Möglichkeit, Biomasse aus Flüssigkeiten abzutrennen, besteht darin, daß der Biomasse enthaltenden Flüssigkeit, im folgenden Arbeitsflüssigkeit genannt, ein Flockungsmittel zugesetzt wird. Flockungsmittel bewirken, daß die in der Arbeitsflüssigkeit enthaltenen Biomasse- und sonstigen Partikeln zu Flocken aggregieren. Die Flocken verbleiben dann schwimmend in der Flüssigkeit oder sedimentieren und werden dann, beispielsweise durch Schwimmaufbereitung, die auch als Flotation bezeichnet wird, von der flüssigen Phase getrennt. Zu diesem Zweck werden in der Arbeitsflüssigkeit, die kontinuierlich in einen Flotationsreaktor geleitet wird, Gasblasen erzeugt, an die sich die Flocken anlagern, an die Flüssigkeitsoberfläche aufsteigen und dort eine Schlammdecke bilden. Von dort wird der Schlamm mit Hilfe von Räumwischern entfernt. Für die Flotation sind bekannte Reaktoren geeignet, wie zum  
20     Beispiel der Airlift-Reaktor, der Blasensäulenreaktor oder der Deep-Shaft-Reaktor.  
25

Ein Nachteil der Flockungsmittel besteht darin, daß sie Chemikalien sind, die die Arbeitsflüssigkeit belasten. So ist beispielsweise Polyaluminiumhydroxid ein gängiges Flockungsmittel, das jedoch besonders in Meerwasser, dessen pH-Wert zwischen 8 und 8,4 liegt,  $\text{Al}^{3+}$ -Ionen abgibt. Aluminium kann aber bei Lebewesen, die dem aufbereiteten Meerwasser ausgesetzt werden, wichtige enzymatische Stoffwechselvorgänge blockieren.

Eine Alternative oder Ergänzung zu dem Einsatz von Flockungsmitteln ist die Elektroflotation, bei der in dem Reaktor ein elektrisches Feld erzeugt wird, in dem die Flocken separiert werden.

Jedoch ist die Elektroflotation sehr aufwendig, da für die Erzeugung des elektrischen Feldes viel Energie benötigt wird.

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, die Biomasse durch Filtration zu entfernen. Dabei wird die Arbeitsflüssigkeit durch Membranen gedrückt, auf denen die Partikel zurückgehalten werden.

Es kann allerdings zu unerwünschten Verstopfungen der Membranen kommen, so daß regelmäßiges Rückspülen mit Frischwasser erforderlich ist. Hierfür wird zum einen zusätzliche Energie für den Pumpenbetrieb und zum anderen die wertvolle Ressource Wasser verbraucht.

Aus der DE 44 32 042 ist ein Flotationsreaktor bekannt, der ohne den Einsatz von Flockungsmitteln auskommt. Bei diesem Flotationsreaktor wird die Arbeitsflüssigkeit zusammen mit einem Luft-Ozon-Gemisch in einen Einleitungsraum gepumpt, das sich feinstblasig mit der Arbeitsflüssigkeit vermischt. In der Arbeitsflüssigkeit enthaltene Verunreinigungen wie Feststoffe, Proteine und Biomasse lagern sich an die Bläschen an. Diese steigen in einem Steigrohr, das sich oben an den Einleitungsraum anschließt, aufwärts, bis sie in ein Schaumrohr gelangen, das mit seinem unteren Teil das Steigrohr in Abstand umgibt. Die mit den Verunreinigungen belagerten Bläschen bauen sich in dem über das Steigrohr hinausgehenden oberen Teil des Schaumrohrs zu einer

Schaumsäule auf, die durch nachfolgende Bläschen oben aus dem Schaumrohr herausgedrückt und dann aufgefangen wird.

Mit diesem Flotationsreaktor können die Feststoffe und Proteine weitgehend entfernt werden, von der Biomasse werden aber nur die an Feststoffen und Proteinen angelagerten Zellen entfernt. Die frei in der Arbeitsflüssigkeit suspendierten Zellen hingegen werden zwar bis zu einem gewissen Grad abgetötet, sie selbst und auch ihre abgetöteten Überreste sind aber bisher mit diesem Flotationsreaktor nicht flotierbar.

Es ist daher Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren zum Entfernen von Biomasse aus Flüssigkeiten zu schaffen, das die in der Arbeitsflüssigkeit vorhandene Biomasse möglichst vollständig entfernt und bei dem der Einsatz von belastenden Chemikalien, wie Flockungsmitteln, sowie Energie und Wasser gering ist.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren zum Entfernen von Biomasse aus Flüssigkeiten gelöst, das die folgenden Schritte aufweist, nämlich die Schritte, daß:

- eine Vorlaufflüssigkeit in den Reaktor geleitet wird, die einen geringeren Gehalt an Biomasse aufweist als die eigentlich aufzubereitende Arbeitsflüssigkeit;
- in der Vorlaufflüssigkeit zumindest in einem örtlich begrenzten Bereich ein Redoxpotential eingestellt wird, das einen bestimmten Vorlaufwert nicht unterschreitet;
- die Arbeitsflüssigkeit nach dem Einstellen des Redoxpotentials zu der Vorlaufflüssigkeit in den Reaktor geleitet wird, wobei in der Flüssigkeit zumindest in einem örtlich begrenzten Bereich ein Redoxpotential eingestellt wird, das einen bestimmten Betriebswert nicht unterschreitet, der so hoch ist, daß Zellen von Bakterien, Algen oder dergleichen, die in der Arbeitsflüssigkeit enthalten sind, derart geschädigt werden, daß sie flotierbar sind; und
- die Arbeitsflüssigkeit durch Flotation gereinigt wird.

Dem erfindungsgemäßen Verfahren liegen folgende Überlegungen und Erkenntnisse zugrunde.

Der aus der DE 44 32 042 bekannte Flotationsreaktor wurde bisher im kontinuierlichen Betrieb derart gefahren, daß die Arbeitsflüssigkeit zusammen mit dem Luft-Ozon-Gemisch schon zu Beginn in den leeren Reaktorbehälter geleitet wird.

5 Versuche des Erfinders der vorliegenden Erfindung haben jedoch gezeigt, daß zum einen zwar viele, aber bei weitem nicht alle Mikroben abgetötet werden und zum anderen die Zellstruktur der abgetöteten Mikroben weitgehend unbeschädigt ist. Messungen an der Arbeitsflüssigkeit im Reaktorbehälter haben dabei ergeben, daß das Redoxpotential unter +300 mV lag. Dieser Wert lässt sich auch nicht durch eine Erhöhung des Ozoneintrags vergrößern. Als mögliche Ursache hierfür wurde gefunden, daß das Ozon sehr schnell an den Biomasse-  
10 Partikeln katalytisch zerstört und damit unwirksam gemacht wird.

Mit Hilfe der Vorlaufflüssigkeit kann das Redoxpotential, beispielsweise durch eine entsprechend hohe Ozonzufuhr, auf einen gewünschten Vorlaufwert vor-  
15 eingestellt werden. Dabei lässt sich, beispielsweise durch eine Erhöhung der Ozonzufuhr, ein um so höheres Redoxpotential erreichen, je geringer der Gehalt an Biomasse ist.

Es ist das Ziel dieser Maßnahme, einen Vorlaufwert zu erreichen, der so groß ist, daß in der nachfolgend eingeleiteten Arbeitsflüssigkeit, die einen größeren  
20 Gehalt an Biomasse als die Vorlaufflüssigkeit hat, ein ausreichend hohes Redoxpotential, beispielsweise durch Ozonzufuhr, aufrechterhalten werden kann, um die Zellen der Mikroben so stark zu schädigen, daß auch die frei in der Flüssigkeit suspendierten Zellen flotierbar sind.

Dies ist beispielsweise der Fall, wenn die Zellwände so stark geschädigt werden,  
25 daß das Zellplasma in die Arbeitsflüssigkeit austritt. Das ausgetretene Zellplasma ermöglicht die Flotation der abgetöteten Mikroben ohne den Einsatz von Flockungsmitteln elektrischen Feldern oder Filtern. Der apparative Aufwand ist zudem gering, da sich die für dieses Verfahren benötigten Einrichtungen leicht in bestehende Anlagen integrieren lassen.

Vorteilhafte Weiterbildungen sind in den Unteransprüchen beschrieben.

Vorzugsweise ist bereits der Vorlaufwert so hoch, daß Zellen von Bakterien, Algen oder dergleichen, die in der Arbeitsflüssigkeit enthalten sein werden, derart geschädigt werden, daß das Zellplasma austritt.

- 5 Wenn der Vorlaufwert mindestens so hoch wie der Betriebswert ist, dann kann ein mit dem Einleiten der Arbeitsflüssigkeit verbundenes unerwünscht starkes Absinken des Redoxpotentials vermieden werden.

- Es lassen sich gute Flotationsergebnisse erzielen, wenn in der Vorlaufflüssigkeit und/oder in der Flüssigkeit ein Redoxpotential von mindestens +650 mV 10 herrscht. Besonders gute Ergebnisse werden jedoch erzielt, wenn das Redoxpotential zwischen +750 und +850 mV liegt.

Vorzugsweise wird das Redoxpotential durch Zufuhr von Ozon eingestellt. Diese kann erfolgen, bevor die Flüssigkeit in den Reaktorbehälter geleitet wird, und/oder im Reaktorbehälter selbst.

- 15 Wenn die Arbeitsflüssigkeit stark mit Biomasse belastet ist, kann es sein, daß die Flüssigkeit nach einem Durchlauf durch den Reaktorbehälter noch nicht ausreichend gereinigt ist. Es kann dann sinnvoll sein, einen Teil der teilweise gereinigten Flüssigkeit in den Reaktorbehälter zurückzuführen, da so die Biomasse einer höheren Verweilzeit im Reaktorbehälter ausgesetzt ist, so daß sie 20 dem hohen Redoxpotential länger unterliegt als bei einer linearen Beschickung. Dann kann auch eine Ozonzufuhr in die zurückgeführte Flüssigkeit erfolgen.

Der örtlich begrenzte Bereich liegt bevorzugt im Einleitungsbereich der Flüssigkeit in den Reaktorbehälter.

- 25 Die Flotation kann durch Flockungsmittel, die der Arbeitsflüssigkeit zugesetzt werden, und/oder durch ein elektrische Feld unterstützt werden, das in dem Reaktorbehälter erzeugt wird.

- 6 -

Die Zugabe von die Oberflächenspannung verringernden Substanzen ist insbesondere dann sinnvoll, wenn die Oberflächenspannung der Arbeitsflüssigkeit zu sehr ansteigt. Eine höhere Oberflächenspannung führt nämlich zur Bildung von größeren Blasen in der Arbeitsflüssigkeit, die sich zu noch größeren Blasen vereinigen, die dann die Schaumsäule zerschlagen. Eine Erhöhung der Oberflächenspannung kann beispielsweise durch Vitamin E bewirkt werden, das sich zum Teil im Wasser auflöst, wenn es in Wasser gehaltenen Tieren wie Fischen, Delphinen oder Robben zugefüttert wird, oder durch das Fett, das Robben über ihre Haut ausscheiden. Geeignete Substanzen sind neben Flockungsmitteln und Schaumbildnern auch Polyvinylpyrrolidone.

Vorteilhafterweise wird die gereinigte Flüssigkeit nach dem Ablauf aus dem Reaktorbehälter durch einen Aktivkohlefilter geleitet, um das darin verbliebene Ozon zu beseitigen.

Im folgenden wird die Erfindung anhand eines in den beigefügten Zeichnungen dargestellten Ausführungsbeispiels näher beschrieben.

FIG. 1 ist eine geschnittene Seitenansicht eines Flotationsreaktors, der das erfindungsgemäße Verfahren zum Entfernen von Biomasse aus Flüssigkeiten umsetzt; und

FIG. 2 ist ein Schnitt längs der Linie II-II von FIG. 1.

Gemäß FIG. 1 weist ein Flotationsreaktor einen Reaktorbehälter 10 mit einem im wesentlichen zylindrischen, aufrecht stehenden Außenrohr 12 auf, das unten durch einen Boden verschlossen ist und in dessen Inneren ein Steigrohr 14 und ein Trennrohr 16 koaxial und mit Abstand zueinander angeordnet sind. Im unteren Teil des Außenrohrs 12 ist ein Reaktionsraum 18 mittels einer kegelstumpfförmigen Trennwand 20 gebildet, die mit ihrem Außenrand an dem Außenrohr 12 in Abstand zum Behälterboden und mit dem ihre zentrale Öffnung begrenzenden Rand am unteren Ende des Steigrohrs 14 befestigt ist. Das Steigrohr 14 wird oberhalb seines unteren Endes durch eine senkrechte Zwischen-

wand 22 in zwei Hälften unterteilt, die jeweils einen D- oder halbmondformigen Querschnitt aufweisen.

Das Trennrohr 16 greift mit seinem unteren Teil über das Steigrohr 14, so daß zwischen ihnen ein Innenkanal 24 mit ringförmigem Querschnitt gebildet wird, der unten offen ist, da das untere Ende des Trennrohrs 16 in Abstand zu der Oberseite der Trennwand 20 liegt. Der untere Teil des Trennrohrs 16 erweitert sich zu einem Entspannungskonus 26, so daß die Querschnittsfläche des Innenkanals 24 und damit der Strömungsquerschnitt ansteigt. Dort geht der Innenkanal 24 in einen Außenkanal 28 mit ebenfalls ringförmigem Querschnitt über, der zwischen dem unteren Teil des Trennrohrs 16 und dem Außenrohr 12 gebildet ist. Das Trennrohr 16 verjüngt sich oberhalb des oberen Endes des Steigrohrs 14 zu einem Schaumauslaß 30, der in einen geschlossenen Auffangbehälter 32 ragt.

Ein Zuleitungsrohr 34 mündet ungefähr auf halber Höhe zwischen dem Boden und dem Außenrand der Trennwand 20 tangential, wie in FIG. 2 gezeigt ist, in den Reaktionsraum 18. Das Zuleitungsrohr 34 ist mit der Druckseite einer Pumpe 36 verbunden, deren Saugseite mit einem Zulauf 38 für Arbeitsflüssigkeit, einem Zulauf 40 für Vorlaufflüssigkeit und einer Rückführung 42 verbunden ist, die jeweils mit einem Ventil 44, 46, 48 versehen sind.

Der Flotationsreaktor weist zudem drei Injektoren 50, 52, 54 auf, die jeweils der vorbeiströmenden Flüssigkeit ein in Zusammensetzung und Menge regelbares Luft-Ozon-Gemisch feinstblasig zumischen. Der erste Injektor 50 mündet zwischen der Pumpe 36 und dem Reaktionsraum 18 in das Zuleitungsrohr 34, der zweite Injektor 52 in den Zulauf 38 für die Arbeitsflüssigkeit und der dritte Injektor 54 in die Rückführung 42.

Ein Ablauf 56 für die gereinigte Flüssigkeit mündet unterhalb des oberen Endes des Steigrohrs 14 durch das Außenrohr 12 in den Außenkanal 28 und ist mit einem Aktivkohlefilter 58 verbunden. Außerdem mündet die Rückführung 42 zwischen dem Ablauf 56 und dem Entspannungskonus 26 durch das Außenrohr 12 in den Außenkanal 28.

Ein Abluftrohr 60 mündet oben in den Auffangbehälter 32 und ist mit einem weiteren Aktivkohlefilter 62 verbunden. Ein Ablauf 64 für das aus der Arbeitsflüssigkeit abgetrennte Flotat mündet unten in den Auffangbehälter 32.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird im folgenden anhand des Betriebs des zuvor beschriebenen Flotationsreaktors beschrieben. Als Anwendungsbeispiel dient dabei die Wasseraufbereitung bei der Tierhaltung im Meerwasserbereich, beispielsweise in einem Meerwasseraquarium. Das aus dem Aquarium stammende Wasser ist stark nitrathaltig und wird daher in Reaktoren auf bekannte Weise mit Hilfe von Bakterien unter anoxischen Bedingungen denitrifiziert, die das Nitrat zu molekularem Stickstoff reduzieren. Bei diesem Vorgang vermehren sich die Bakterien sehr stark. Das die Reaktoren verlassende Wasser ist dann zwar in Hinblick auf den Nitratgehalt gereinigt, weist aber einen großen Anteil an Biomasse, nämlich den Bakterien auf, es können aber auch Algen vorhanden sein.

Die Biomasse muß vor einer Rückleitung des Wassers in das Aquarium entfernt werden, da sie für die im Aquarium gehaltenen Tiere eine Belastung darstellt. Sie führt nämlich zu einer Sauerstoffzehrung, da zum einen die noch lebenden Mikroben Sauerstoff verbrauchen, da aber auch zum anderen die Zersetzung der abgetöteten Mikroben, die Nahrung für andere Lebewesen darstellen, Sauerstoff erfordert. Zu diesem Zweck wird das denitrifizierte, mit Biomasse belastete Wasser durch einen, bevorzugt aber den zuvor beschriebenen Flotationsreaktor geleitet.

Bevor aber das eigentlich zu reinigende Wasser, das hier als Arbeitsflüssigkeit bezeichnet wird, in den Flotationsreaktor geleitet wird, muß erst in einer geeigneten Vorlaufflüssigkeit, die im vorliegenden Fall bevorzugt Meerwasser mit möglichst geringem Biomassegehalt ist, ein ausreichend hohes Redoxpotential eingestellt werden. Zu diesem Zweck werden die Ventile 44, 48 in dem Zulauf 38 für die Arbeitsflüssigkeit und in der Rückführung 42 geschlossen, das Ventil 46 in dem Zulauf 40 für die Vorlaufflüssigkeit hingegen geöffnet. Dann wird die Pumpe 36 eingeschaltet, so daß die Vorlaufflüssigkeit durch das Zuleitungsrohr 34 am ersten Injektor 50 vorbeigedrückt wird. Die so mit Ozon angereicherte Vorlaufflüssigkeit strömt weiter in den Reaktionsraum 18 und füllt den Reak-

torbehälter 10, indem sie im Steigrohr 14 aufsteigt, bis sie über dessen oberen Rand fließt und den Innenkanal 24 und den Außenkanal 28 füllt.

Sobald der Wasserpegel im Außenkanal 28 die Höhe der Rückführung 42 erreicht, wird das Ventil 48 in der Rückführung 42 geöffnet und das Ventil 46 im Zulauf 40 für die Vorlaufflüssigkeit geschlossen. Die Vorlaufflüssigkeit kann nun solange im Kreislauf durch den Reaktorbehälter 10 geführt werden, bis zumindest im Reaktionsraum 18 ein Redoxpotential von über +850 mV erreicht ist. Zu diesem Zweck können die Zusammensetzung und Menge des Luft-Ozon-Gemischs am ersten und/oder dritten Injektor 50, 54 und die Pumpenleistung nach Bedarf geändert werden.

Als nächstes erfolgt die Einleitung der Arbeitsflüssigkeit in den Reaktorbehälter 10. Zu diesem Zweck wird das Ventil 44 im Zulauf 38 für die Arbeitsflüssigkeit geöffnet, so daß die Pumpe 36 ein Gemisch aus Arbeitsflüssigkeit und der bereits mit Ozon angereicherten Vorlaufflüssigkeit aus der Rückführung 42 fördert. Dabei können die Ozongehalte in der Arbeitsflüssigkeit, in der Vorlauf- flüssigkeit und in dem Flüssigkeitsgemisch jeweils mit Hilfe des zweiten, des dritten und des ersten Injektors 52, 54, 50 nach Bedarf unabhängig voneinander eingestellt werden.

Da die derart mit dem Luft-Ozon-Gemisch angereicherte Flüssigkeit tangential in den Reaktionsraum 18 eingeleitet wird, wird dort ein Flüssigkeitswirbel erzeugt, so daß in der Flüssigkeit enthaltene Feststoffe, wie zum Beispiel Sandkörner, Kot, Pflanzenfasern und Futterreste, durch die Fliehkraft nach außen an das Außenrohr 12 gedrängt werden. Die Feststoffe wandern von dort in Spiralfahrten entlang der Unterseite der kegelstumpfförmigen Trennwand 20 bis in einen Bereich 66, der sich direkt oberhalb der zentralen Öffnung der Trennwand 20 befindet und die Spitze eines an die Stelle der Trennwand 20 gedachten Kegels umfaßt. In diesem Bereich 66 bildet sich eine stabile Schaumsäule, da sich Biomasse, die aus der Arbeitsflüssigkeit stammt und somit auch in dem Flüssigkeitsgemisch enthalten ist, an die Gasbläschen anlagert. Die dort ankommenden Feststoffteilchen lagern sich an diese Schaumsäule an.

Die mit Feststoffen und Biomasse beladene Schaumsäule steigt aufgrund des Auftriebs und der aufwärts gerichteten Flüssigkeitsströmung zusammen mit nicht oder nur wenig mit Biomasse beladenen Gasbläschen in das Steigrohr 14 hinein und passiert den durch die Zwischenwand 22 in zwei Hälften mit halbmondförmigen Querschnitt unterteilten Abschnitt. Die Zwischenwand 22 sorgt dafür, daß die im Reaktionsraum 18 gebildete rotierende Strömung im unteren Teil des Steigrohrs 14 in eine im wesentlichen linear im Steigrohr 14 aufsteigende Strömung übergeht. Beim Aufstieg im Steigrohr 14 bildet sich die Schaumsäule durch die fortgesetzte Anlagerung von Biomasse weiter aus.

10 Die aufsteigende Flüssigkeit gelangt schließlich zum oberen Ende des Steigrohrs 14 und von dort in den sich verjüngenden Abschnitt des Trennrohrs 16. Dort erfolgt die Trennung der Flüssigkeit von der mit aufgestiegenen Schaumsäule, da die Flüssigkeit über den Rand des Steigrohrs 14 in den Innenkanal 24 hinabfließt, die Schaumsäule hingegen von den nachfolgenden Gasblasen hin- 15 auf in den Schaumauslaß 30 und weiter in den Auffangbehälter 32 gedrückt wird.

Die nicht oder nur wenig mit Biomasse beladenen Gasbläschen, die nicht von der Schaumsäule festgehalten werden, werden durch die abwärts fließende Flüssigkeit in den Innenkanal 24 mit hinabgerissen. Im Entspannungskonus 26 verlangsamt sich die Flüssigkeitsströmung aufgrund des zunehmenden Strömungsquerschnitts soweit, bis der Auftrieb der Gasbläschen ausreicht, um diese entgegen der Flüssigkeitsströmung wieder im Innenkanal 24 aufsteigen zu lassen.

Die nun blasenfreie Flüssigkeit strömt um den Rand des Trennrohrs 16 in den Außenkanal 28 und darin aufwärts. Durch die Rückführung 42 wird ein Teil der Flüssigkeit abgezweigt und der noch nicht behandelten Arbeitsflüssigkeit zugeführt, um noch in der Flüssigkeit verbliebene Biomasse erneut durch den Reaktorbehälter 10 leiten zu können. Dieser Teil kann durch das Ventil 48 in der Rückführung 42 mengenmäßig geregelt werden. Mit Hilfe der Rückführung 42 wird die Verweilzeit der Biomasse im Reaktorbehälter 10 erhöht, so daß die Biomasse länger dem hohen Redoxpotential unterliegt als bei einer linearen Beschickung.

- Die Injektoren 50, 52, 54 werden bei der Aufarbeitung der Arbeitsflüssigkeit so geregelt, daß das Redoxpotential zumindest im Reaktionsraum 18 bei ungefähr +800 mV liegt. Da das Ozon in der Arbeitsflüssigkeit wegen des hohen Gehalts an Biomasse schneller zersetzt wird als in der Vorlaufflüssigkeit, wurde das  
5 Redoxpotential in der Vorlaufflüssigkeit auf einer etwas höheren Wert eingestellt, so daß bei der Einleitung der Arbeitsflüssigkeit das Redoxpotential nicht auf einen zu tiefen Wert absinkt, von dem aus der gewünschte Wert von ungefähr +800 mV in der Arbeitsflüssigkeit nicht mehr durch eine erhöhte Ozonzu-  
fuhr zu erreichen ist.
- 10 Der nicht durch die Rückführung 42 gehende Teil der gereinigten Flüssigkeit strömt weiter bis zum Ablauf 56 und weiter zu dem Aktivkohlefilter 58, in dem das noch in der Flüssigkeit vorhandene Ozon katalytisch zerstört wird. Von dort wird die Flüssigkeit schließlich dem zu reinigenden System, hier also dem Meerwasseraquarium wieder zugeleitet.
- 15 Der im Auffangbehälter 32 gesammelte Schaum, auch Flotat genannt wird durch den Ablauf 64 abgeführt und kann entsorgt werden. Das im Auffangbe-  
hälter 32 durch platzende Gasbläschen freigegebene Ozon wird über das Abluft-  
rohr 60 dem zweiten Aktivkohlefilter 62 zugeführt und dort katalytisch zer-  
stört.

**PATENTANSPRÜCHE**

1. Verfahren zum Entfernen von Biomasse aus einer Flüssigkeit mit Hilfe eines Reaktors, mit den Schritten, daß:
  - eine Vorlaufflüssigkeit in den Reaktor geleitet wird, die einen geringeren Gehalt an Biomasse aufweist als die eigentlich aufzubereitende Arbeitsflüssigkeit;
  - in der Vorlaufflüssigkeit zumindest in einem örtlich begrenzten Bereich ein Redoxpotential eingestellt wird, das einen bestimmten Vorlaufwert nicht unterschreitet;
  - die Arbeitsflüssigkeit nach dem Einstellen des Redoxpotentials zu der Vorlaufflüssigkeit in den Reaktor geleitet wird, wobei in der Flüssigkeit zumindest in einem örtlich begrenzten Bereich ein Redoxpotential eingestellt wird, das einen bestimmten Betriebswert nicht unterschreitet, der so hoch ist, daß Zellen von Bakterien, Algen oder dergleichen, die in der Arbeitsflüssigkeit enthalten sind, derart geschädigt werden, daß sie flotierbar sind; und
  - die Arbeitsflüssigkeit durch Flotation gereinigt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Betriebswert so hoch ist, daß die Zellen derart geschädigt werden, daß das Zellplasma austritt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Vorlaufwert mindestens so hoch wie der Betriebswert ist.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Vorlaufwert mindestens +650 mV beträgt.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Vorlaufwert zwischen +750 und +850 mV liegt.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Betriebswert mindestens +650 mV beträgt.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Betriebswert zwischen +750 und +850 mV liegt.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Redoxpotential durch Zufuhr von Ozon eingestellt wird.
- 5 9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß eine Ozonzufuhr im Reaktorbehälter (10) erfolgt.
10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß eine Ozonzufuhr erfolgt, bevor die Flüssigkeit in den Reaktorbehälter (10) geleitet wird.
- 10 11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß ein Teil der gereinigten Flüssigkeit in den Reaktorbehälter (10) zurückgeführt wird.
12. Verfahren nach den Ansprüchen 10 und 11, dadurch gekennzeichnet, daß eine Ozonzufuhr in die zurückgeführte Flüssigkeit erfolgt.
- 15 13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der örtlich begrenzte Bereich im Einleitungsbereich (18) der Flüssigkeit in den Reaktorbehälter (10) liegt.
14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Flotation durch Flockungsmitteln unterstützt wird, die der Arbeitsflüssigkeit zugesetzt werden.
- 20 15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Flotation durch ein elektrische Feld unterstützt wird, das in dem Reaktorbehälter (10) erzeugt wird.

16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Arbeitsflüssigkeit eine die Oberflächenspannung verringern-de Substanz zugesetzt wird.

17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekenn-  
5 zeichnet, daß die gereinigte Flüssigkeit nach dem Ablauf aus dem Reaktorbe-hälter (10) durch einen Aktivkohlefilter (58) geleitet wird.

1/1

Fig. 2

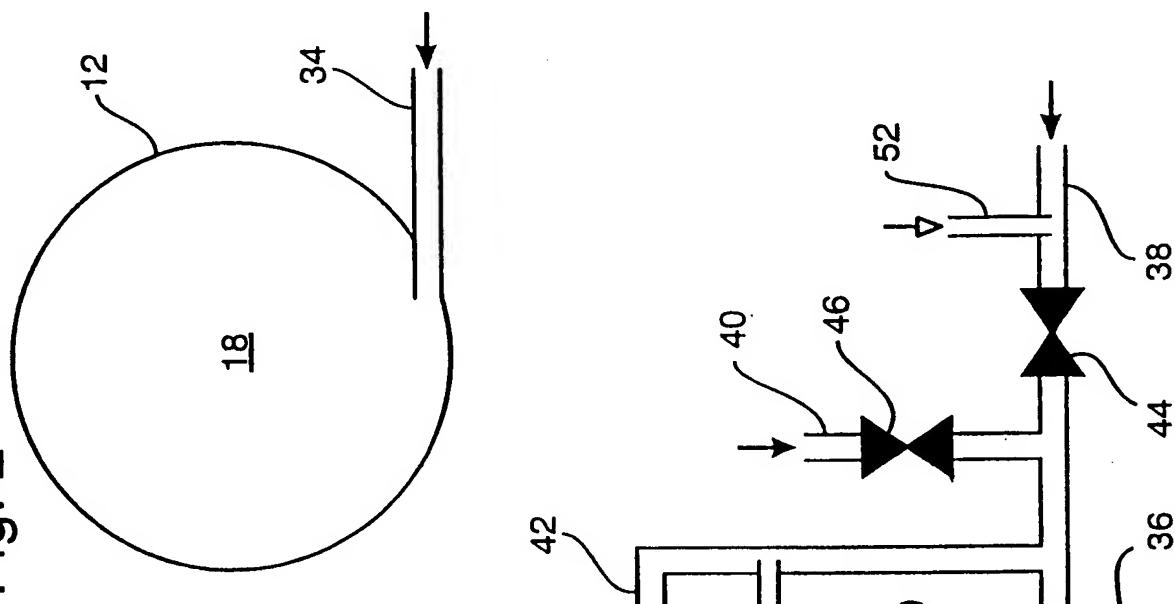
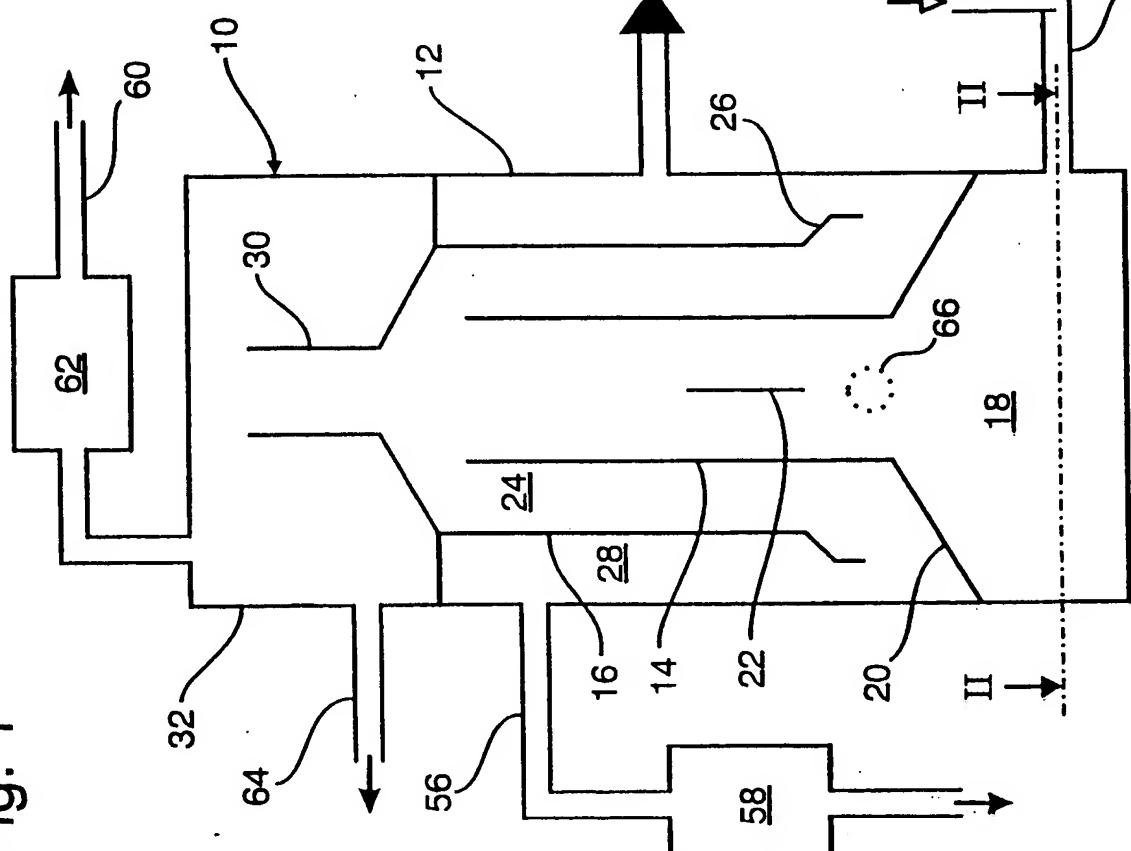


Fig. 1



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

I. International Application No

PCT/DE 98/00732

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 6 C02F1/24 C02F1/78 C02F1/465

According to International Patent Classification(IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 C02F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE 44 32 042 A (FORSCHUNGSZENTRUM JÜLICH GMBH) 14 March 1996 cited in the application see the whole document ---	1-17
A	EP 0 082 809 A (BENNO PERREN) 29 June 1983 see the whole document ---	1
A	US 5 382 358 A (GEORGE C. YEH) 17 January 1995 see the whole document -----	1

 Further documents are listed in the continuation of box C. Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

15 September 1998

Date of mailing of the international search report

23/09/1998

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Stevnsborg, N

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

I. National Application No

PCT/DE 98/00732

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)			Publication date
DE 4432042	A 14-03-1996	AU	3340395	A	27-03-1996
		WO	9607483	A	14-03-1996
		EP	0779840	A	25-06-1997
		FI	970977	A	07-03-1997
		JP	10504997	T	19-05-1998
		NO	971075	A	07-03-1997
		US	5776335	A	07-07-1998
EP 82809	A 29-06-1983	CH	656374	A	30-06-1986
US 5382358	A 17-01-1995	US	5462669	A	31-10-1995

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Im nationales Aktenzeichen

PCT/DE 98/00732

**A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES**  
 IPK 6 C02F1/24 C02F1/78 C02F1/465

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

**B. RECHERCHIERTE GEBIETE**

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole )  
 IPK 6 C02F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

**C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN**

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	DE 44 32 042 A (FORSCHUNGZENTRUM JÜLICH GMBH) 14. März 1996 in der Anmeldung erwähnt siehe das ganze Dokument ---	1-17
A	EP 0 082 809 A (BENNO PERREN) 29. Juni 1983 siehe das ganze Dokument ---	1
A	US 5 382 358 A (GEORGE C. YEH) 17. Januar 1995 siehe das ganze Dokument -----	1

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

- \* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
- "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- "E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweiteilig er scheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
- "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nahelegend ist
- "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
15. September 1998	23/09/1998
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter  Stevnsborg, N

**INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT**

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/DE 98/00732

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
DE 4432042 A	14-03-1996	AU	3340395 A	27-03-1996
		WO	9607483 A	14-03-1996
		EP	0779840 A	25-06-1997
		FI	970977 A	07-03-1997
		JP	10504997 T	19-05-1998
		NO	971075 A	07-03-1997
		US	5776335 A	07-07-1998
EP 82809 A	29-06-1983	CH	656374 A	30-06-1986
US 5382358 A	17-01-1995	US	5462669 A	31-10-1995